Quantitative anorganische, physiologisch- und nahrungsmittelchemische kolorimetrische Untersuchungen mit Hilfe des Farbkomparators nach Rojahn-Heinrici

Inaugural-Dissertation

zur Erlangung der Würde eines Doktors
einer Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Martin Luther-Universität Halle-Wittenberg

vorgelegt von

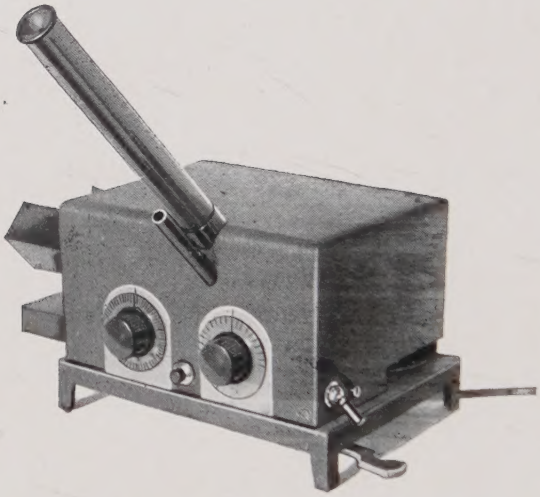
Karl Wolfgang Hildebrandt
aus Plauen i. V.

Halle (Saale) 1937

Eduard Klinz Buchdruck-Werkstätten Halle (Saale), Dölauer Str. 14

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548123_0069



Farb- und Lumineszenzkomparator
nach Prof. Rojahn und Dr. Heinrici

Quantitative anorganische, physiologisch- und nahrungsmittelchemische kolorimetrische Untersuchungen mit Hilfe des Farbkomparators nach Rojahn-Heinrici

Inaugural-Dissertation

zur Erlangung der Würde eines Doktors
einer Hohen Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Martin Luther-Universität Halle-Wittenberg

vorgelegt von

Karl Wolfgang Hildebrandt
aus Plauen i. V.

Halle (Saale) 1937

Eduard Klinz Buchdruck-Werkstätten Halle (Saale), Dölauer Str. 14

R. UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Berichterstatter: Professor Dr. C. A. Rojahn

Mitberichterstatter: Professor Dr. K. Ziegler

INHALT

		Seite
1.	Einleitung	5
2.	Die Ostwald'sche Farbenlehre und ihre Anwendung beim R. H.-Komparator	6
3.	Beschreibung des Komparators	7
4.	Ausführung der Farbreaktion	8
5.	Messung der Farbtöne	9
6.	Aufgabe und Ergebnis vorliegender Arbeit	10

Bestimmung von:

1.	Aceton, in Harn	11
2.	Ammoniak, in Harn, Wasser	13
3.	Blei, in Wasser	14
4.	Borsäure, in Wein	15
5.	Brom	17
6.	Chloriden, in Wasser	18
7.	Eisen, in Wasser und Abwässern	19
8.	Formaldehyd, in Harn	22
9.	Harnfarben	24
10.	Jod, in Harn	24
11.	Kobalt	26
12.	Kupfer, in Obst- und Gemüsekonserven	27
13.	Kupfer, in Wein	28
14.	Magnesium	30
15.	Mangan, in Wasser	31
16.	Methylalkohol	32
17.	Phenol, in Harn und Wasser	33
18.	Phosphat	35
19.	Quecksilber, in Harn	36
20.	Rhodan, in Speichel	38
21.	Salizylsäure, in Wein	39
22.	Salpetersäure, in Fleisch	41
23.	salpetriger Säure	43
24.	Schwefelwasserstoff	44
25.	Wismut, in Harn	45
26.	Versuch zur Bestimmung des Aschegehaltes von Mehlen	47

Literaturverzeichnis 49

1. EINLEITUNG

C. A. Rojahn und G. Heinrici haben vor einigen Jahren einen Apparat entwickelt, mit dem es möglich ist, absolut-kolorimetrische Bestimmungen auszuführen und die dabei auftretenden Färbungen oder ganz allgemein Färbungen von Flüssigkeiten und festen Stoffen im Sinne der Ostwald'schen Farbenlehre zahlenmäßig festzulegen. Der Apparat ist unter dem Namen: Farb- und Lumineszenskomparator nach Rojahn-Heinrici im Handel [1]).

Das Gerät hat den großen Vorteil, daß an Stelle von Vergleichslösungen Farbscheiben verwendet werden, so daß es möglich ist, mit wenigen Handgriffen jede gewünschte Farbe im Blickfeld des Apparates zu reproduzieren. Bisher wurde das Gerät in der Hauptsache dazu benutzt, Farberscheinungen unter der Analysen-Quarzlampe festzulegen [2]), da es hier wegen der Jntensität und der Mannigfaltigkeit der auftretenden Fluoreszenzfarben besonders schwer ist, dieselben durch Worte zu kennzeichnen. Weiterhin leistete der R. H.-Komparator aber auch gute Dienste beim Kennzeichnen der Farben von Tinkturen und Kapillarstreifen [3]). Schließlich wurden mit dem Apparat kolorimetrische Bestimmungen ausgeführt [4]), bei denen er gegenüber anderen Kolorimetern sehr wesentliche Vorteile aufweist. Da der Apparat nicht mit Vergleichslösungen arbeitet, entfallen viele Nachteile, die diesen anhaften: Die Vergleichslösungen sind oft nur kurze Zeit haltbar und müssen daher, wenn nicht täglich Bestimmungen ausgeführt werden, stets neu bereitet werden. Ferner werden für ihre Herstellung analysenreine Stoffe benötigt, die oft recht kostspielig und nicht immer leicht zu beschaffen sind. Ebenso sind Wägungen notwendig, die Zeit beanspruchen.

Damit ist besonders dem Arzt und Apotheker die Möglichkeit gegeben, kolorimetrische Einzel- und Reihenbestimmungen durchzuführen, die für praktische Zwecke hinreichend genaue Resultate liefern, ohne auf die jedesmalige zeitraubende Herstellung der Vergleichslösung angewiesen zu sein.

---

[1]) Hersteller: J. Hammer, Leipzig C 1, Mittelstr. 7.
[2]) Dissersation Heinrici, Halle 1932.
[3]) Dissertation Hellrung, Halle 1937.
[4]) Dr. Seifert, Deutsche Apoth.-Zeitung 1935/60, 1935/33 und Klinische Wochenschrift 1936/5.

2. Die Ostwald'sche Farbenlehre und ihre Anwendung beim R. H.-Komparator

Die Ostwald'sche Farbenlehre beruht auf der These, daß sich jede Farbe aus drei Elementen, nämlich: bunter Farbe, Weiß- und Schwarzgehalt zusammensetzt. Eine Farbe, die keinen Weiß- und Schwarzgehalt besitzt, bezeichnet Ostwald als Vollfarbe. Aus diesen Vollfarben, die sich nur durch den Farbton unterscheiden, wird der Ostwald'sche Farbkreis gebildet. Für normale Messungen wird dieser in 24, für genauere in 48 Sektoren geteilt. Es hat sich gezeigt, daß ein normalfarbenempfindliches Auge bei dem 48 teiligen Farbkreis den Unterschied zwischen zwei nebeneinanderliegenden Farbtönen gerade noch wahrnehmen kann.

Die Messung des Weißgehaltes geschieht bei Ostwald in der Weise, daß mittels entsprechender Lichtfilder, die Farbe im gegenfarbigen und die des Schwarzgehaltes im gleichfarbigen Licht photometrisch gemessen wird. Rojahn führt die Messungen des Weiß- und Schwarzgehaltes auf eine andere einfachere Art aus.

Für die Messung des Weißgehaltes stehen nämlich auf besonderen Farbscheiben für jede Vollfarbe 7 Mischungen der Vollfarbe mit verschiedenem Weißgehalt zur Verfügung, die Rojahn Weißabwandlung nennt. Die Messung des Weißgehaltes geschieht also in der Weise, daß die Weißabhandlung gesucht und deren Nummer angegeben wird, die mit der zu messenden Farbe am besten übereinstimmt. Es hat sich gezeigt, daß man mit dem Auge nicht mehr als 7 Abwandlungen unterscheiden kann.

Bei der Bestimmung des Schwarzgehaltes wurde ein anderes Prinzip angewendet, weil sonst zu viele Farbscheiben notwendig wären und das Aufsuchen des entsprechenden Farbtones zu viel Zeit in Anspruch nehmen würde. Hier wird von dem Gedanken ausgegangen, daß mit abnehmender Beleuchtungsstärke der Schwarzgehalt steigt. Ist also im extremen Fall, die Beleuchtungsstärke gleich Null, so erscheint die Farbe schwarz. Der Schwarzgehalt wird also gemessen, durch eine meßbare Veränderung der Beleuchtungsintensität.

Es ist also jede Farbe festgelegt: 1.) durch die Nummer der Vollfarbe, 2.) durch die Nummer der Weißabwandlung und 3.) durch die Ablesung an der Skala einer Irisblende, die durch Abdrosselung der Beleuchtungsstärke den Schwarzgehalt bestimmt. Z. B.: 7 : 3 : 48.

Da es bei praktischen Vergleichsmessungen nicht darauf ankommt, die prozentuale Größe des Weiß- und Schwarzgehaltes genau zu erfahren, wurde bei der Konstruktion aus technischen Gründen bewußt von der Ost-

wald'schen Berechnungsbasis abgewichen. Die an zweiter und dritte Stelle stehenden Zahlen, in dem angeführten Beispiel also 3 und 48, drücken daher nicht etwa den Prozentgehalt an Weiß und Schwarz aus.

Wenngleich die Ostwald'sche Farbenlehre vielfach angegriffen und als unwissenschaftlich abgelehnt wurde, so hat es sich aber in unzähligen Untersuchungen gezeigt, daß sie trotzdem für praktische Untersuchungen von nicht zu übertreffender Einfachheit ist und eine brauchbare Grundlage für den im Folgenden näher beschriebenen Apparat für Schnelluntersuchungen abgibt.

Damit bietet der Apparat bei mäßigem Preise Vorteile, die sonst nur die um ein Vielfaches teuereren Apparate, wie z. B. das Stufenphotometer aufweisen. Aber bei allen diesen teueren Apparaten ist es nicht möglich, für Farbvergleiche eine bestimmte Farbe naturgetreu im Blickfeld zu reproduzieren, was gerade für pharmazeutische und physiologische Untersuchungen außerordentlich erwünscht ist.

3. Beschreibung des Komparators

Das Licht einer Glühlampe (25 Watt-Mattglaslampe) beleuchtet einerseits den drehbar angeordneten Ostwaldschen Farbkreis, andererseits eine weiße Mattglasscheibe (G). Durch diese tritt diffuses Licht aus, daß durch die in der Küvette enthaltene Untersuchungsflüssigkeit fällt und im Gesichtsfeld neben dem gerade eingestellten Feld der Farbscheibe zur Betrachtung kommt. Um den Weg des Lichtes entsprechend lenken zu können, sind noch drei Spiegel angebracht. Mit W ist ein Lummer-Brodhuhnscher Würfel bezeichnet, durch dessen Aussparung unmittelbar die Vergleichsfarbe betrachtet wird, während auf der unter 15° geneigten Fläche mittels Spiegelung die Farbe des Untersuchungsmaterials geworfen wird. Das quadratische Gesichtsfeld zeigt also die Farbe des Untersuchungsmaterials, während das in der Mitte gelegene runde Feld die Vergleichsfarbe zeigt. Zwischen die Lichtquelle und die Farbscheibe ist in den Weg des Lichtes eine Irisblende eingebaut, die von außen durch einen Drehknopf, der mit der Teilstrichscheibe verbunden ist, verändert werden kann. Auf diese Weise wird die Veränderung des Schwarzgehalts bewirkt. Die Küvette wird in einen Arm eingehängt, der gleichzeitig zur Aufnahme von Lichtfiltern dient. Die Farbscheiben werden auf eine auschwenkbare Metallscheibe aufgelegt, die gerändelt ist, so daß durch Drehen derselben ein schnelles Auffinden des betreffenden Farbtones ermöglicht ist. Durch ein kurzes unterhalb des Okulars liegendes Beobachtungsrohr

wird jeweils die Nummer der Vollfarbe oder der Weißabwandlung abgelesen.

Soll mit dem R. H.-Komparatur die Farbe fester Stoffe gemessen werden, so wird auf die Milchglasscheibe G. eine flache Schale mit der Substanz gestellt, so daß das Licht nicht von der Milchglasscheibe, sondern von der Substanz selbst reflektiert wird.

Bei Messung von Farben im U. V.-Licht wird der Arm, der sonst zur Aufnahme der Küvette dient, herausgezogen, sodaß sich eine Öffnung direkt über dem Untersuchungsmaterial unter der Analysenquarzlampe befindet.

Zur Eichung des Apparates wird bei älteren Apparaten zwischen Lichtquelle und Farbscheibe eine Blende eingesteckt, während bei neueren eine zweite Irisblende montiert ist.

Um bei späteren Untersuchungen die hier gefundenen Farbwerte zu Grunde legen zu können, ist es notwendig, den betreffenden Komparator entsprechend zu eichen. Dies geschieht durch Verändern der Eichblende (Einsteck- oder 2. Irisblende). Die Eichblende wird so verändert, daß bei den unten angegebenen Lösungen eine volle Übereinstimmung mit den angegebenen Farbwerten erreicht wird.

Eisenchloridlösung 1 %ig D. A. B. VI-Lösung 1 – 9 verdünnt) 3:5:53, Schichtdicke 100 mm.

Kaliumpermanganatlösung 0,1 in 1000 ccm Wasser Kaliumpermanganat pro analysi Merck.
9:0:23,0, Schichtdicke 10 mm.

Kal. dichromatlösung (2,0 in 1000 ccm Wasser Kal. dichromat pro analysi Merck.
1:7:50,0, Schichtdicke 10 mm.

4. Ausführung der Farbreaktionen

Wird die Farbreaktion mit dem vorliegenden Untersuchungsmaterial ausgeführt, so wird es sich oft zeigen, daß die entstandene Färbung zu intensiv ist, um im R. H. Komparator gemessen werden zu können oder daß sogar eine Ausfällung stattfindet. Man muß daher die zu untersuchende Lösung verdünnen und tut dies zweckmäßig im Verhältnis 1:10 bis man etwa in ein meßbares Farbgebiet gelangt. Ist dann nur noch eine schwache Verdünnung notwendig, so orientiert man sich dadurch, daß man mit geringeren Schichtdicken mißt, als in der jeweiligen Bestimmung angegeben ist. Hierbei erhält man ungefähr einen Maßstab, wie stark noch verdünnt werden muß.

Das Verdünnen soll bei der eigentlichen Bestimmung stets vor der Ausführung der Reaktion erfolgen.

5. Messung der Farbtöne

Man sucht zunächst bei voll geöffneter Blende die Vollfarbe, die dem zu untersuchenden Farbton am nächsten kommt. Durch das Beobachtungsrohr stellt man deren Nummer fest. Dann legt man die Scheibe mit den verschiedene Weißabwandlungen dieser Farbe unter und sucht diejenige heraus, die etwas heller ist, als der zu bestimmende Farbton. Nun erfolgt durch Betätigung des Drehknopfes eine Zumischung des Schwarzgehaltes bis die beiden Beobachtungsfelder im Okular Farbgleichheit aufweisen. Wenn in einigen sehr seltenen Fällen keine vollkommene Übereinstimmung mit der Vergleichsfarbe erreicht werden konnte, wurde auf gleiche Helligkeit eingestellt. Für jede Messung sind fünf Ablesungen durchzuführen, aus denen das Mittel errechnet und als Wert angegeben wird. Bei Reihenbestimmungen mißt man möglichst viele Werte mit derselben Weißabwandlung, hierdurch erhält man eine Abhängigkeit zwischen Konzentration und Blendenstellung, die graphisch dargestellt wird. Bei den graphischen Darstellungen wurden auf die Abszisse die Ablesungen an der Skala und auf die Ordinate die Milligramme der Substanz, die in der Lösung vorliegt, aufgetragen.

Da es bei einigen Bestimmungen nicht möglich war mehrere Werte mit derselben Weißabwandlung zu messen, so ist in diesen Fällen (Bestimmung Nr. 8, 10, 15, 16) auch eine graphische Darstellung nicht möglich.

Viele Farbreaktionen sind zeitabhängig. Es sind daher, wie es ja bei allen kolorimetrischen Bestimmungen notwendig ist, die gemachten Angaben über die Zeit der Messung tunlichst zu beachten.

Es ist weiterhin unbedingt notwendig, bei späteren Messungen Küvetten mit derselben Schichtdicke zu verwenden, da eine einfache Beziehung zwischen Farbkonzentration und Schichtdicke bei Benutzung der Ostwald'schen Farbnormen nicht bekannt ist und auch durch Versuche nicht festgestellt werden konnte.

Bei den in der vorliegenden Arbeit gemachten Messungen wurde kein Blaufilter im Okular verwendet, wie es den Apparaten neuerdings beigegeben ist, da ohne das Filter eine größere Genauigkeit erreicht wird. Werden Messungen gegen Barytweißplatte, nicht gegen Farbscheiben, ausgeführt, so ist es jedoch vorteilhaft, das Okular-Blaufilter zu verwenden.

Bei der Ablesung ist zu beachten: Das Auge muß sich erst an der geringen Helligkeit gewöhnen; daher soll man sich erst ca. eine Minute im dunklen Arbeitsraum (zweckmäßig Dunkelkammer) aufhalten, bevor mit den Messungen begonnen wird.

6. Aufgabe und Ergebnis vorliegender Arbeit

Die vorliegende Arbeit hat den Zweck und das Ziel, mit Hilfe der R. H.-Komparators kolorimetrische Bestimmungsmethoden zu prüfen und innerhalb eines Konzentrationsgebietes Messungen durchzuführen, sodaß diese Messungsergebnisse als Grundlage für spätere Bestimmungen dienen können. Es war dabei ein Konzentrationsgebiet auszuwählen, in welchem die Färbungen einwandfrei mit dem Apparat erfaßt werden können und in dem die Unterschiede zwischen den einzelnen Wertungen groß genug sind, um exakte und zuverlässige Bestimmungen durchführen zu können.

Eine besondere Aufgabe bestand darin, die Messungsergebnisse graphisch darzustellen, sodaß es jederzeit nach Ausführung der Farbreaktion und Ausmessung möglich ist, den Gehalt an der zu bestimmenden Substanz durch Interpolation an Hand der graphischen Darstellung anzugeben.

Ferner war die Zeitabhängigkeit der Reaktion zu beachten und unter deren Berücksichtigung genaue Angaben für die praktische Durchführung der Bestimmung zu machen.

Bei 25 Bestimmungen, die zu bearbeiten waren, wurden die gestellten Aufgaben erfüllt und es zeigte sich, daß der Apparat durchaus die notwendige Genauigkeit besitzt, um auch Farbunterschiede, die mit bloßem Auge nicht mehr ohne weiteres wahrnehmbar sind, noch exakt messen zu können.

1. Acetonbestimmung

Prinzip:

Salicylaldehyd gibt in stark alkalischer Lösung mit Aceton eine gelbe bis orange Färbung.

Lösungen:

1.) 100,0 Kaliumhydroxyd werden in 60 ccm Wasser gelöst.

2.) 10,0 Salicylaldehyd werden in 100 ccm 96%igem Alkohol gelöst.

Ausführung:

2 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden mit 2 ccm Kalilauge und 2 ccm Salicylaldehydreagens versetzt, gut umgeschüttelt und im Wasserbad genau 20 Minuten lang auf ca. 50° erwärmt (dabei wird öfter umgeschüttelt). Dann kühlt man sofort gut ab (auf ca. 15—20°) und kolorimetriert.

Nach Zugabe des Salycylaldehydreagens ist sofort im Wasserbade zu erwärmen, da sich bei größerer Acetonmenge die Färbung schon bei gewöhnlicher Temperatur zu entwickeln beginnt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 5 mm.

mg Azeton in 2 ccm	
0,002	1 : 0 : 31,0
0,003	1 : 0 : 31,8
0,004	1 : 0 : 32,6
0,005	1 : 0 : 33,8
0,006	1 : 0 : 35,0
0,007	1 : 0 : 36,2
0,008	1 : 0 : 37,6
0,009	1 : 0 : 39,2
0,010	1 : 0 : 41,2
0,015	1 : 0 : 43,0
0,020	1 : 0 : 45,0
0,06	6 : 0 : 11,6
0,07	6 : 0 : 18,0
0,08	6 : 0 : 24,4
0,09	6 : 0 : 31,0
0,10	6 : 0 : 39,6
0,11	6 : 0 : 43,0
0,12	6 : 0 : 46,0

mg Aceton in 2 ccm	
0,13	6 : 0 : 48,2
0,14	6 : 0 : 50,0
0,15	6 : 0 : 51,4
0,16	6 : 0 : 52,4
0,17	6 : 0 : 53,4
0,18	6 : 0 : 54,4
0,10	6 : 0 : 55,6
0,20	6 : 0 : 57,0
0,21	6 : 0 : 57,8
0,22	6 : 0 : 59,0
0,23	6 : 0 : 60,0
0,24	6 : 0 : 61,0

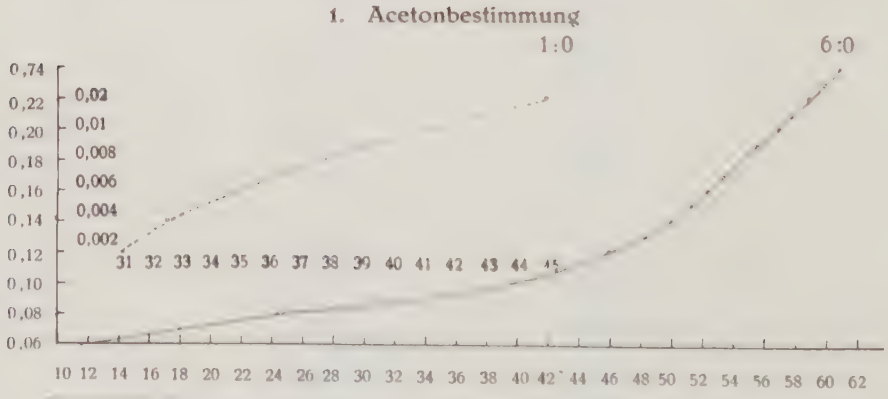
Beispiele:

Bestimmungen im Harn[1]):

50 oder 100 ccm Harn werden in einem Destillationskolben auf 300 ccm verdünnt und mit 5 ccm konz. Schwefelsäure 20 Minuten lang in eine Vorlage mit 25 ccm Aqua dest. (eisgekühlt) destilliert. Das Destillat wird auf 200 ccm aufgefüllt und hiervon 2 ccm zum Reaktionsansatz verwendet. Zu beachten ist, daß eventuell vorhandene Acetessigsäure bei der Destillation des angesäuerten Harnes zerfällt und dann auch mit als Aceton bestimmt wird. Nur bei vorsichtigem Destillieren des nicht angesäuerten Harnes bei niedriger Temperatur im Vakuum ist es möglich, die Mitbestimmung des Acetessigsäure auszuschalten.

Bemerkungen:

Da die Salicylaldehydmethode sehr empfindlich ist, so können damit auch kleinste Acetonmengen, wie sie z. B. im Methylalkohol vorkommen, sehr genau bestimmt werden.



[1]) Hinweis auf die benutzte Literatur am Ende der Arbeit.

2. Ammoniakbestimmung

Prinzip:

Benutzt wird die mit Neßler's Reagens auftretende Gelbfärbung.

Chem. Vorgang:

$K_2HgJ_4 + 3OH' + NH_3 = NH_2(HgOHg)J + 2H_2O + 7J'$

Lösungen:

Neßler's Reagens (D.A.B. VI).

Ausführung:

100 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden mit 1 ccm Neßler's Reagens versetzt, kräftig umgeschüttelt und nach 5 Minuten gemessen.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg NH_3 in 100 ccm	
0,00	1 : 7 : 44,2
0,05	1 : 7 : 45,4
0,10	1 : 7 : 46,8
0,15	1 : 7 : 48,0
0,20	1 : 7 : 49,2
0,25	1 : 7 : 50,4
0,30	1 : 7 : 51,6
0,35	1 : 7 : 52,8
0,40	1 : 7 : 54,2
0,45	1 : 7 : 55,4
0,50	1 : 7 : 56,4
0,40	1 : 0 : 49,0
0,45	1 : 0 : 50,0
0,50	1 : 0 : 51,2
0,55	1 : 0 : 52,2
0,60	1 : 0 : 53,4
0,65	1 : 0 : 54,4
0,70	1 : 0 : 55,6
0,75	1 : 0 : 56,6
0,80	1 : 0 : 58,0
0,85	1 : 0 : 59,0
0,90	1 : 0 : 60,2
0,95	1 : 0 : 61,2
1,00	1 : 0 : 62,0

Die Färbung ist nur kurze Zeit konstant. Unter Luftzutritt findet schon nach 30 Minuten eine Dunkelfärbung um 2 Grad statt und nach 5 Stunden eine solche um 5 Grad. Im Dunkeln und unter Luftabschluß aber konnte

selbst nach 24 Stunden keine meßbare Veränderung der Farbtiefe festgestellt werden.

Beispiele:

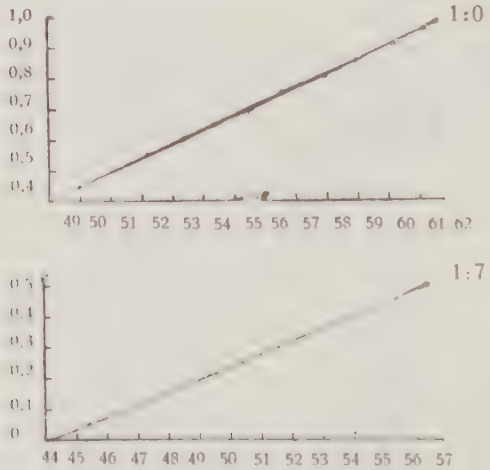
Bestimmungen im Harn (1):

In ein großes Reagenzglas von 75 ccm Inhalt werden 2 ccm Harn mit der Mikropipette abgemessen und mit 3 ccm Wasser verdünnt. Dann setzt man einige Tropfen 10%ige Kaliumkarbonatlösung, 15%ige Kaliumoxalatlösung und 3 Tropfen Octylalkohol hinzu. Das Gefäß wird mit einer Vorlage verbunden, in der sich 2 ccm $^1/_{10}$ n-Schwefelsäure, die mit 20 ccm Wasser verdünnt sind, befinden. Nun wird ein kräftiger Luftstrom durchgetrieben bis alles NH_3 übergegangen ist (ca. 15 Minuten). Die ammoniakhaltige Flüssigkeit schüttet man in einen 100 ccm-Meßkolben, spülte das Gefäß mit Wasser nach und füllt schließlich bis zur Marke auf. Sonst verfährt man wie oben angegeben.

Bestimmungen im Wasser:

Da größere Mengen Ca- und Mg-Salze stören, so werden diese nach Frankland-Armstrong mit Na_2CO_3 und NaOH-Lösung ausgefällt oder nach Winkler mit Hilfe von Seignette-Salz in Doppelsalze übergeführt. Sind stark gefärbte oder getrübte Wasser zu untersuchen, so wird das Ammoniak überdestilliert.

2. Ammoniakbestimmung



3. Bleibestimmung

Prinzip:

Bei starker Verdünnung wird mit Natriumsulfid eine kolloidale Lösung von Bleisulfid erzeugt (8).

Lösung:

Eine 10%ige Lösung von Natriumsulfid.

Ausführung:

50 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden mit 10 Tropfen Reagens versetzt und umgeschüttelt.

Liegen stärkere Bleilösungen vor, so verdünnt man vor dem Ansetzen der Farbreaktion entsprechend. Wird dies nicht getan, so muß man die Bleilösung vor Zugabe der Natriumsulfidlösung mit 1 ccm einer 1%igen Gummilösung versetzen, um das kolloidale Bleisulfid stabiler zu machen. Dabei muß das zu untersuchende Wasser schwach angesäuert werden.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

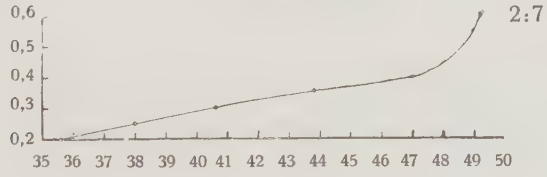
mg Pb in 50 ccm	
0,20	2 : 7 : 35,7
0,25	2 : 7 : 38,0
0,30	2 : 7 : 40,6
0,35	2 : 7 : 43,8
0,40	2 : 7 : 47,0
0,45	2 : 7 : 48,0
0,50	2 : 7 : 48,6
0,55	2 : 7 : 49,0
0,60	2 : 7 : 49,2

Die Färbung ist ca. 5 Stunden unverändert haltbar.

Bemerkungen:

Diese Methode kann nur zur Untersuchung von farblosen Flüssigkeiten angewandt werden und ist daher besonders geeignet zur Untersuchung von Leitungswasser.

3. Bleibestimmung



4. Borsäurebestimmung

Prinzip:

Kurkuminlösung gibt mit Borsäure eine orange Färbung.

Lösungen:

90%iger Alkohol.

25%ige Salzsäure.

Kurkuminlösung: 0,1 Kurkumin werden in 10 ccm 90%igem Alkohol gelöst.

Ausführung:

10 ccm der zu bestimmenden Lösung werden versetzt mit: 15 ccm Alkohol, 15 ccm Salzsäure und 0.2 ccm Kurkuminlösung. Man schüttelt die Flüssigkeit gut um und läßt bis zur Messung in einem verschlossenen Gefäß 30 Minuten stehen.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Borsäure in 10 ccm	
0	2 : 2 : 40
1	2 : 2 : 45
2	2 : 2 : 46
3	2 : 2 : 47
4	2 : 2 : 48
5	2 : 2 : 49
6	2 : 2 : 50
7	2 : 2 : 51
8	2 : 2 : 52
9	2 : 2 : 53
10	2 : 2 : 54

Die Färbung ist 3 Stunden konstant und verblaßt dann.

Beispiele:

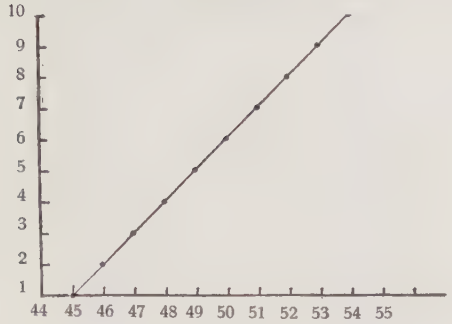
Bestimmung in Wein (2).

50 ccm Wein werden mit Natronlauge deutlich alkalisch gemacht, auf ein kleines Volumen eingedampft im Tiegel zur Trockne gebracht und der Rückstand verascht. Die Asche wird mit 10 ccm 10%iger Salzsäure ausgezogen und anschließend filtriert.

Bestimmung in Butter (2):

50,0 Butter werden mit 50 ccm Wasser in einem Steigrohr (Gummistopfen verwenden) versehen ist, auf dem Kolben, der mit einem Steigrohr (Gummistopfen verwenden) versehen ist, auf dem siedenden Wasserbad 15 Minuten unter öfterem Umschütteln erhitzt. Man läßt erhalten und filtriert die wässrige Flüssigkeit durch ein trockenes Faltenfilter. Bei der Berechnung ist der Wassergehalt der Butter zu berücksichtigen.

4. Borsäurebestimmung



2:2

5. Brombestimmung

Prinzip:

Aus den Bromiden wird das Brom mit Kaliumpermanganat frei gemacht und in Chloroform aufgenommen (8).

Lösungen:

5,0 Kaliumpermanganat werden in 100 ccm Wasser gelöst.

Ausführung:

Eine genau gewogene Menge des Bromides wird in etwas Wasser gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure stark angesäuert. Dann setzt man 50 ccm Chloroform zu und soviel Permanganatlösung, daß nach dem Umschütteln keine Entfärbung eintritt. Das Chloroform wird sofort in einen 100 ccm-Meßkolben abgelassen und das Ausschütteln noch zweimal mit je 25 ccm Chloroform wiederholt. Das vereinigte Chloroform wird auf 100 ccm ergänzt. Anschließend wird sofort gemessen und zwar in einer geschlossenen Küvette.

Da das Brom schneller verdunstet als das Chloroform, ist strengstens darauf zu achten, daß alle Gefäße gut verschlossen sind und daß schnell gearbeitet wird.

Wird mit einer geöffneten Küvette gearbeitet, so zeigt sich schon nach 3 Minuten ein Nachlassen der Färbung um 3—5 Grade.

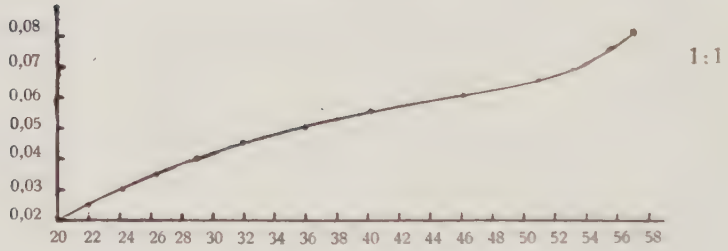
Messungsergebnisse:

Schichtdicke 5 mm.

mg Brom in 100 ccm Chloroform	
20	1 : 1 : 20,0
25	1 : 1 : 22,0
30	1 : 1 : 24,2
35	1 : 1 : 26,4

mg Brom in 100 ccm Chloroform	
40	1 : 1 : 29,0
45	1 : 1 : 32,0
50	1 : 1 : 36,0
55	1 : 1 : 40,2
60	1 : 1 : 46,2
65	1 : 1 : 51,0
70	1 : 1 : 54,0
75	1 : 1 : 55,6
80	1 : 1 : 57,0
85	1 : 0 : 59,4
90	1 : 0 : 61,0
95	1 : 0 : 62,6
100	1 : 0 : 64,0

5. Brombestimmung



6. Chloridbestimmung

Prinzip:

Die Chloridlösung wird mit einem Überschuß von aufgeschlämmtem Silberchromat geschüttelt und die entstandene Chromatfärbung gemessen.

Chem. Vorgang:

$$Ag_2CrO_4 + 2Cl' \rightarrow 2AgCl + CrO_4''$$

Lösungen:

1,5 Silberchromat werden mit 50 ccm Wasser kräftig angeschüttelt.

Ausführung:

10 ccm Chloridlösung werden mit 2 ccm Silberchromatreagens kräftig geschüttelt. Man läßt 5 Stunden stehen, gießt dann vom abgesetzten Silberchlorid und überschüssigem Silberchromat ab und kolorimetriert.

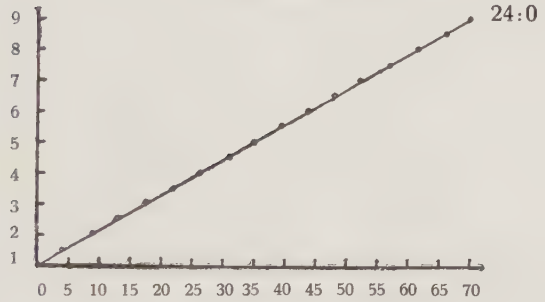
Die Färbung ist lange Zeit haltbar. Selbst nach 3 Tagen zeigt sich noch keine meßbare Veränderung.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 5 mm.

mg Chlor in 10 ccm	
1,0	24 : 0 : 0,0
1,5	24 : 0 : 4,0
2,0	24 : 0 : 9,0
2,5	24 : 0 : 13,0
3,0	24 : 0 : 17,6
3,5	24 : 0 : 22,0
4,0	24 : 0 : 26,4
4,5	24 : 0 : 31,0
5,0	24 : 0 : 35,0
5,5	24 : 0 : 39,6
6,0	24 : 0 : 44,0
6,5	24 : 0 : 48,0
7,0	24 : 0 : 52,6
7,5	24 : 0 : 57,0
8,0	24 : 0 : 61,4
8,5	24 : 0 : 66,0
9,0	24 : 0 : 70,0

6. Chloridbestimmung



7. Eisenbestimmung

Prinzip:

Das in dreiwertiger Form vorliegende Eisen wird als Ferrirhodanid gemessen (8).

Lösungen:

20,0 Ammoniumrhodanid werden in 100 ccm Wasser gelöst.

Ausführung:

100 ccm der zu bestimmenden Lösung werden mit 10 ccm verdünnter Salzsäure, 5 ccm Wasserstoffsuperoxyd (3%ig) und 10 ccm Ammoniumrhodanid versetzt. Nach kräftigem Umschütteln wird sofort gemessen, da bereits nach 5 Minuten eine meßbare Farbvertiefung eintritt.

Liegt das Eisen ganz oder teilweise in zweiwertiger Form vor, so setzt man zu den zu untersuchenden 100 ccm

8—10 Tropfen Perhydrol zu und erwärmt ca. 10 Minuten auf dem Wasserbade auf 70°.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.
Gemessen mit: Lifa Gelbfilter Nr. 3.

mg Eisen in 100 ccm	
0,10	5 : 7 : 39,6
0,15	5 : 7 : 40,4
0,20	5 : 7 : 42,0
0,25	5 : 7 : 47,0
0,30	5 : 7 : 53,4
0,35	5 : 7 : 56,6
0,40	5 : 7 : 58,4
0,45	5 : 7 : 59,2
0,50	5 : 7 : 59,8
0,10	5 : 6 : 30,4
0,15	5 : 6 : 35,4
0,20	5 : 6 : 40,0
0,25	5 : 6 : 44,0
0,30	5 : 6 : 47,8
0,35	5 : 6 : 51,0
0,40	5 : 6 : 53,8
0,45	5 : 6 : 56,0
0,50	5 : 6 : 58,0
0,20	5 : 5 : 30,2
0,25	5 : 5 : 40,6
0,30	5 : 5 : 44,6
0,35	5 : 5 : 48,0
0,40	5 : 5 : 50,6
0,45	5 : 5 : 52,8
0,50	5 : 5 : 54,6
0,40	5 : 4 : 29,2
0,45	5 : 4 : 37,0
0,50	5 : 4 : 43,4
0,55	5 : 4 : 44,0
0,60	5 : 4 : 45,8
0,65	5 : 4 : 49,2
0,70	5 : 4 : 52,0
0,75	5 : 4 : 54,6
0,80	5 : 4 : 57,0
0,70	5 : 0 : 36,0
0,75	5 : 0 : 41,0
0,80	5 : 0 : 46,0
0,85	5 : 0 : 50,6
0,90	5 : 0 : 54,6
0,95	5 : 0 : 59,0
1,00	5 : 0 : 64,0

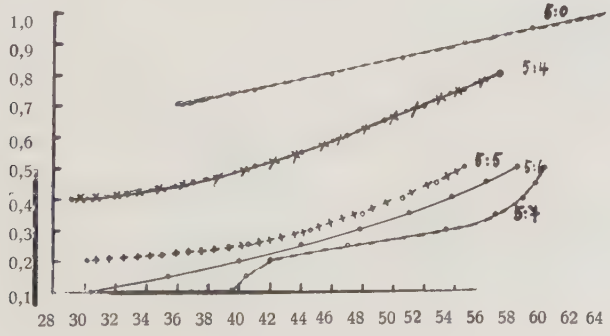
Schichtdicke 5 mm.
Gemessen mit: Lifa Gelbfilter Nr. 3.

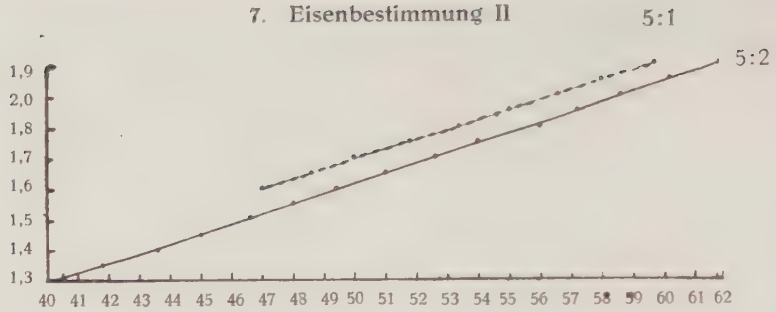
mg Eisen in 100 ccm	
1,30	5 : 2 : 40,0
1,35	5 : 2 : 41,8
1,40	5 : 2 : 43,6
1,45	5 : 2 : 45,0
1,50	5 : 2 : 46,6
1,55	5 : 2 : 48,0
1,60	5 : 2 : 49,4
1,65	5 : 2 : 51,0
1,70	5 : 2 : 52,6
1,75	5 : 2 : 54,0
1,80	5 : 2 : 56,0
1,85	5 : 2 : 57,2
1,90	5 : 2 : 58,6
1,95	5 : 2 : 60,2
2,00	5 : 2 : 61,8
1,60	5 : 1 : 47,0
1,65	5 : 1 : 48,6
1,70	5 : 1 : 50,0
1,75	5 : 1 : 51,8
1,80	5 : 1 : 53,4
1,85	5 : 1 : 55,0
1,90	5 : 1 : 56,6
1,95	5 : 1 : 58,0
2,00	5 : 1 : 59,8

Beispiele:

Liegt ein stark verunreinigtes oder gefärbtes Wasser zur Untersuchung vor, so verdampft man 100 ccm des filtrierten Wassers nach Zusatz von 2 ccm konz. Salpetersäure zur Trockene. Der Rückstand wird mit konz. Salzsäure befeuchtet und abermals zur Trockne verdampft; dieses Verfahren wird nochmals wiederholt. Der Rückstand wird nunmehr in 100 ccm Wasser gelöst und zum Ansetzen der Reaktion benutzt.

7. Eisenbestimmung I





8. Formaldehydbestimmung

Prinzip:

Benutzt wird die mit dem Schiff-Elvevo'schen Reagens auftretende Blau-Violett-Färbung (2).

Lösungen:

Schiff-Elvevo'sches Reagens: 0,2 gepulvertes Fuchsin werden in 120 ccm heißem Wasser gelöst, nach dem Abkühlen mit 2,0 Natriumsulfit, gelöst in 20 ccm Wasser, versetzt und nach Zusatz von 2 ccm konz. Salzsäure auf 200 ccm ergänzt.

Ausführung:

20 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden im Reagenzglas mit 1 ccm konz. Schwefelsäure und nach dem Umschütteln mit 5 ccm Schiff-Elvevo'schen Reagens, das man schnell aus einer Pipette zufließen läßt, versetzt und sofort kräftig umgeschuttelt. Man bringt die Lösung sofort in die Küvette und ermittelt die Zeit, die verläuft, bis die Flüssigkeit die Farbe 12 6 30 erreicht hat gerechnet vom Ende der Zugabe der Schiff Elvevo'schen Reagens). Ist diese Zeit länger als 125 Sekunden, so verfährt man, wie weiter unten angegeben.

Messungsergebnisse (Mittelwert aus 5 verschiedenen Bestimmungen):

Schichtdicke 10 mm.
Farbe: 12 : 6 : 30.

mg Formaldehyd in 20 ccm	
2,0	124,2 Sek.
2,5	106,0 Sek.
3,0	90,4 Sek.
3,5	76,0 Sek.
4,0	68,2 Sek.
4,5	63,6 Sek.
5,0	58,0 Sek.

mg Formaldehyd in 20 ccm	
5,5	54,0 Sek.
6,0	50,4 Sek.
6,5	47,6 Sek.
7,0	43,0 Sek.
7,5	40,0 Sek.
8,0	36,0 Sek.
8,5	32,6 Sek.
9,0	30,0 Sek.
9,5	26,0 Sek.
10,0	22,6 Sek.

Ausführung bei kleineren Formaldehydmengen:

Liegen kleinere Mengen Formaldehyd vor, so mißt man die genau 20 Minuten nach Zugabe des Reagens entstandene Färbung.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Formaldehyd in 20 ccm	
0,1	12 : 7 : 14,6
0,2	12 : 7 : 35,0
0,3	12 : 7 : 55,8
0,4	12 : 3 : 00,0
0,5	10 : 0 : 51,6
0,6	10 : 0 : 68,6

Schichtdicke 5 mm.

0,6	11 : 2 : 30,0
0,70	11 : 2 : 43,6
0,8	11 : 2 : 51,6
0,9	9 : 0 : 67,2
1,0	9 : 0 : 69,6

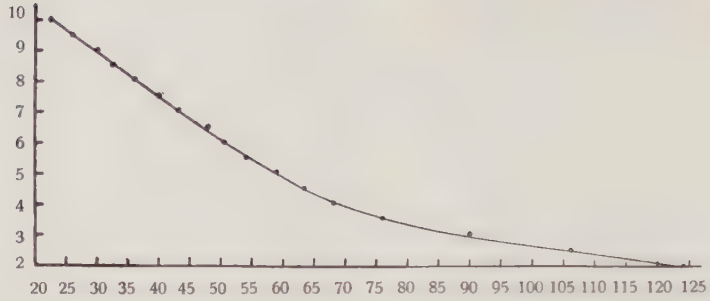
Beispiele:

Bestimmung im Harn (8):

50 ccm Harn werden mit Phosphorsäure stark sauer gemacht und im Wasserdampfstrom kräftig destilliert. Als Vorlage dient ein 50 ccm-Meßkolben. Die Destillation wird solange fortgesetzt, bis 5 ccm des zuletzt aufgefangenen Destillates mit Phorogluzinsalzsäure keine Färbung geben. Dann wird auf 50 ccm ergänzt.

Bestimmung in Essig und Essigessenz (2):

Von 100 ccm Essig bezw. zehnfach verdünnter Essigessenz werden nach Zusatz von 10,0 Kochsalz und 0,5 Weinsäure 60 ccm abdestilliert und nach dem Umschütteln 20 ccm zur Bestimmung verwendet.



9. Harnfarben

nach Dr. Vogel (9):

Da bei Harnuntersuchungen stets auch die Farbe angegeben wird, so ist es zweckmäßig, auch diese Farben zahlenmäßig festzulegen, sodaß sie jederzeit wieder reproduziert und zum Vergleich herangezogen werden können.

Schichtdicke 10 mm.

1.) Blaßgelb	1 : 7 : 00
2.) Hellgelb	1 : 5 : 00
3.) Gelb	1 : 3 : 00
4.) Rotgelb	3 : 4 : 00
	3 : 5 : 00
5.) Gelbrot	6 : 4 : 00
	5 : 2 : 00
	5 : 3 : 00
6.) Rot	6 : 2 : 30
	5 : 0 : 30
7.) Braunrot	9 : 6 : 00
	7 : 6 : 00
	8 : 5 : 00
8.) Rotbraun	12 : 1 : 00
	11 : 1 : 00
9.) Braunschwarz	12 : 0 : 35

10. Jodbestimmung

Prinzip:

Das Jod wird aus Jodiden mit Nitrit freigemacht und mit Chloroform ausgeschüttelt (8).

Chem. Vorgang:

$$2HNO_2 + 2J' + 2H^{\cdot} \longrightarrow 2NO + 2H_2O + J_2.$$

Reduzierende Stoffe stören (z. B. Hydrazin, Zinnchlorür usw.).

Lösungen:

5,0 Natriumnitrit werden in 100 ccm Wasser gelöst.

Ausführung:

Liegt das Jodid ausschließlich anorganisch gebunden vor, so werden 10 ccm der zu untersuchenden Lösung in einem Scheidetrichter mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und mit 0,5 ccm Nitritlösung versetzt. Das freigemachte Jod wird zuerst mit 10 ccm und dann zweimal mit je 5 ccm Chloroform ausgeschüttelt und die vereinigten Chloroformauszüge auf 20 ccm ergänzt.

Liegt das Jod in organischer Bindung vor oder färbt die zu untersuchende Lösung nach dem Ansäuern beim Ausschütteln mit Chloroform dieses schon, so gehen Farbstoffe in das Chloroform über. In beiden Fällen ist wie bei der Jodbestimmung im Harn zu verfahren.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Jod in 10 ccm Chloroform	
2	9 : 6 : 49,0
3	9 : 4 : 47,0
4	9 : 3 : 51,8
5	9 : 2 : 43,8
6	9 : 0 : 36,6

Schichtdicke 5 mm.

3	9 : 7 : 47,2
4	9 : 6 : 45,0
5	9 : 5 : 45,0
6	9 : 4 : 44,0
7	9 : 3 : 42,0
8	9 : 3 : 49,4
9	9 : 2 : 37,8
10	9 : 0 : 32,8

Beispiele:

Bestimmung im Harn (8):

10 ccm Harn werden mit 1,0 Natriumkarbonat und 3,0 Salpeter (jodfrei!) zur Trockene eingedampft und schwach geglüht. Die erkaltete Schmelze wird mit 10—20 ccm Wasser aufgenommen und in einen Scheidetrichter filtriert. Nun wird wie oben angegeben weiter verfahren, jedoch ist beim Ansäuern und beim Ausschütteln mit Chloroform zu beachten, daß Kohlensäure frei wird.

Es ist darauf zu achten, daß kein Chloroform verdunsten kann, da sonst die Jodlösung konzentrierter wird und die Bestimmung zu hohe Werte liefert. Daher ist es ratsam, mit verschlossenen Küvetten zu arbeiten.

11. Kobaltbestimmung

Prinzip:

Kobaltrhodanid löst sich in einem Gemisch von Äther und Amylalkohol mit blauer Farbe.

Ausführung:

In einen kleinen Schneidetrichter gibt man 2,0 Ammoniumrhodanid, 10 ccm der zu prüfenden Lösung und 10 ccm des Äther-Amylalkohol-Gemisches (10 Vol. + 1 Vol.). Man schüttelt eine Minute kräftig um, trennt von der wässrigen Flüssigkeit ab und mißt die blaue Farbe.

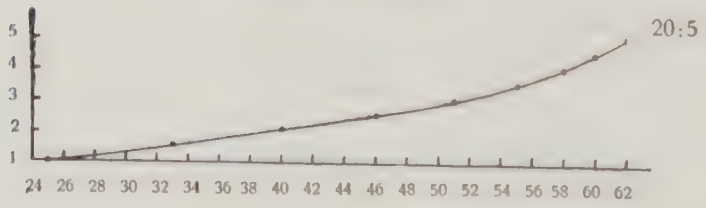
Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

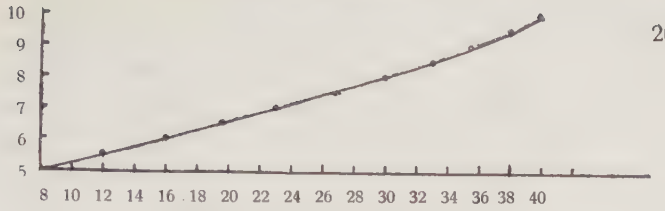
Gemessen mit: Lifa Gelbfilter Nr. 3.

mg Kobalt in 10 ccm wäss. Flüss.	
1,0	20 : 5 : 25,0
1,5	20 : 5 : 33,0
2,0	20 : 5 : 40,0
2,5	20 : 5 : 46,0
3,0	20 : 5 : 51,0
3,5	20 : 5 : 55,0
4,0	20 : 5 : 58,0
4,5	20 : 5 : 60,0
5,0	20 : 5 : 62,0
5,0	20 : 2 : 8,0
5,5	20 : 2 : 12,0
6,0	20 : 2 : 16,0
6,5	20 : 2 : 19,6
7,0	20 : 2 : 23,0
7,5	20 : 2 : 27,0
8,0	20 : 2 : 30,0
8,5	20 : 2 : 33,0
9,0	20 : 2 : 35,4
9,5	20 : 2 : 38,0
10,0	20 : 2 : 40,0

11. Kobaltbestimmung I



11. Kobaltbestimmung II



12. Kupferbestimmung (1. Methode)

Prinzip:

Kupfer gibt mit Ammoniak eine intensive blaue Farbe (Bildung eines Tetraminsalzes).

Chem. Vorgang:

$Cu^{\cdot\cdot} + 4NH_3 \rightarrow [Cu(NH_3)_4]^{\cdot\cdot}$.

Es stört Zyankali, weil in dessen Anwesenheit ein farbloser Komplex entsteht.

Lösungen:

Ammoniak 10%ig.
Seignettesalz-Lösung 10%ig.

Ausführung:

20 ccm Flüssigkeit werden mit 0,5 ccm Seignettesalz-Lösung und 20 ccm Ammoniak versetzt (8).

Die blaue Lösung muß vollkommen klar sein, sonst ist vor der Messung erst zu filtrieren.

Kupferlösungen mit hohem Gehalt an Salz- oder Salpetersäure müssen erst eingedampft und mit Schwefelsäure abgeraucht werden.

Ist in der zu untersuchenden Lösung Eisen vorhanden, so kann dieses stören. Um dies zu verhindern, werden noch 5 Tropfen einer 1%igen Kaliumferrozyanid-Lösung zugesetzt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

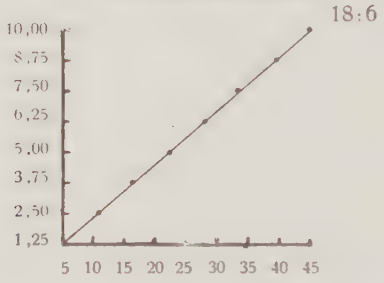
mg Kupfer in 20 ccm	
1,25	18 : 6 : 5,0
2,50	18 : 6 : 11,0
3,75	18 : 6 : 16,4
5,00	18 : 6 : 22,4
6,25	18 : 6 : 28,0
7,50	18 : 6 : 33,6
8,75	18 : 6 : 39,6
10,00	18 : 6 : 45,0

Beispiele:

Bestimmung in Obst -und Gemüsekonserven (1):

Zwecks Zerstörung der organischen Substanz wird das Untersuchungsmaterial (50.0 oder 100.0) vorsichtig verascht. Hierbei entstehende lockere Kohle wird zunächst mit verdünnter Schwefelsäure angefeuchtet, getrocknet und mit kleiner Flamme weiter verascht. Die Asche wird dann mit ca. 50 ccm Wasser und 5 ccm Schwefelsäure 1 : 5 in der Wärme ausgezogen, der Auszug zum Ausfällen von Eisen- und Aluminiumhydroxyd mit Ammoniak neutralisiert und mit weiteren 10 ccm 10%igem Ammoniak versetzt. Von den ausgefallenen Hydroxyden wird abfiltriert und das Filter solange mit heißem ammonakhaltigen Wasser gewaschen, bis das Filtrat das Gesamtvolumen von 100 ccm erreicht hat. Diese Lösung wird im R.H.-Komparator gemessen.

12. Kupferbestimmung



13. Kupferbestimmung (2. Methode)

Prinzip:

Kupfer gibt mit Kaliumferrozyanid eine violette Färbung.

Lösungen:

0,5 Kaliumferrozyanid werden in 100 ccm Wasser gelöst.

Ausführung:

Die zu untersuchende Lösung wird mit Lackmuspapier geprüft und notigenfalls neutralisiert, dann werden zu 20 ccm Lösung 5 ccm Kaliumferrozyanid zugesetzt und gut umgeschüttelt (6).

Ist die Flüssigkeit gefärbt oder trübe oder ist eine Substanz, die organische Bestandteile enthält, zu prüfen, so wird im Porzellantiegel verascht bzw. vorher zur Trockne verdampft, die Asche mit verdünnter Salzsäure ausgezogen, filtriert und die Lösung mit einigen Tropfen verdünnter Schwefelsäure verdampft. Der Rückstand wird in Wasser aufgenommen, das Ungelöste abfiltriert und auf ein bestimmtes Volumen verdünnt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Kupfer in 20 ccm	
0,10	12 : 7 : 27,0
0,15	12 : 7 : 30,4
0,20	12 : 7 : 33,0
0,25	12 : 7 : 35,2
0,30	12 : 7 : 37,4
0,35	12 : 7 : 39,0
0,40	12 : 7 : 41,0
0,45	12 : 7 : 43,0
0,50	12 : 7 : 45,0
0,55	12 : 7 : 46,6
0,60	12 : 7 : 48,6
0,65	12 : 7 : 50,2
0,70	12 : 7 : 51,8
0,75	12 : 7 : 53,2
0,80	12 : 7 : 54,6
0,85	12 : 7 : 56,0
0,90	12 : 7 : 57,0
0,95	12 : 7 : 58,0
1,00	12 : 7 : 59,0

Schichtdicke 5 mm.

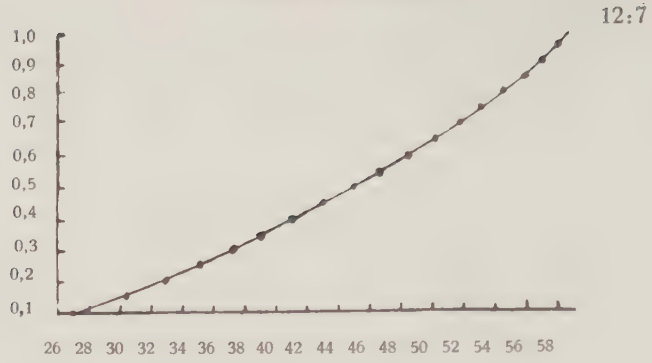
1,0	10 : 7 : 45,0
2,0	10 : 7 : 60,8
3,0	10 : 6 : 62,0
4,0	10 : 5 : 65,0
5,0	10 : 4 : 64,0

Beispiele:

Bestimmung in Wein (1):

100 ccm Wein werden in einer Porzellanschale auf dem Wasserbad eingeengt und dann verascht. Die Asche wird mit wenig Wasser und verdünnter Salpetersäure erwärmt und das Gemisch filtriert. Man wäscht mit Wasser nach, engt das Filtrat auf 5 ccm ein, macht mit Ammoniak alkalisch und filtriert in ein 50 ccm-Meßkölbchen, wäscht das Filter mit wenig Wasser nach. Die Lösung wird mit verdünnter Salzsäure neutralisiert, 5 ccm Kaliumferrozyanid-Lösung versetzt und auf 50 ccm aufgefüllt.

13. Kupferbestimmung



14. Magnesiumbestimmung

Prinzip:

Titangelb (von Dr. G. Grübler, Leipzig gibt in alkalischer Lösung mit Magnesium eine Orange-Färbung 6

Lösungen:

0,1 Titangelb werden in 100 ccm Wasser gelöst
$^1/_1$ n-Natronlauge.

Ausführung:

10 ccm der zu bestimmenden Flüssigkeit werden mit 2 ccm Titanlösung und 1 ccm Natronlauge versetzt und gut umgeschüttelt.

Bemerkungen:

Aluminium und Zinn stören und müssen entfernt werden. Zink kann durch Zusatz eines Überschusses von Natriumsulfid unschädlich gemacht werden.

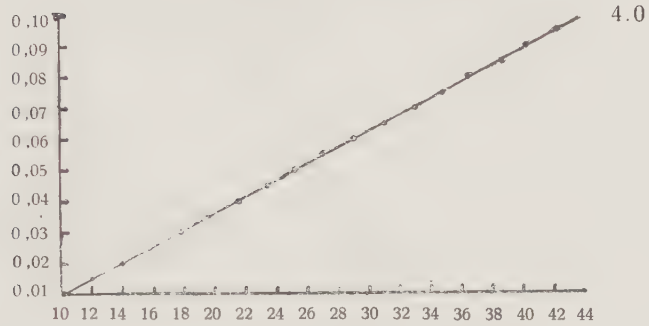
Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Magnesium in 10 ccm	
0,010	4 : 0 : 10,2
0,015	4 : 0 : 12,0
0,020	4 : 0 : 14,0
0,025	4 : 0 : 15,8
0,030	4 : 0 : 17,8
0,035	4 : 0 : 19,6
0,040	4 : 0 : 21,6
0,045	4 : 0 : 23,4
0,050	4 : 0 : 25,2
0,055	4 : 0 : 27,0
0,060	4 : 0 : 29,0
0,065	4 : 0 : 31,0

mg Magnesium in 10 ccm	
0,070	4 : 0 : 33,0
0,075	4 : 0 : 34,8
0,080	4 : 0 : 36,4
0,085	4 : 0 : 38,6
0,090	4 : 0 : 40,2
0,095	4 : 0 : 42,2
0,100	4 : 0 : 44,0

14. Magnesiumbestimmung



15. Manganbestimmung

Prinzip:

Man oxydiert vorliegende Mangansalze zu Permanganaten und mißt deren Färbung (8).

Chem. Vorgang:

$$Mn^{\cdot\cdot} + 5(NH_4)_2S_2O_8 + 5H_2O = 3H^{\cdot} + HMnO_4 + 5(NH_4)_2SO_4 + 5H_2SO_4 + H_2O.$$

Ausführung:

10 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden mit 0,5 Ammoniumpersulfat versetzt, 20 Minuten auf dem Wasserbad erhitzt, abgekühlt und auf 100 ccm aufgefüllt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 5 mm.

mg Mangan in 10 ccm	
0,50	9 : 1 : 19,6
0,55	9 : 1 : 24,0
0,60	9 : 1 : 28,0
0,65	9 : 1 : 32,2
0,70	9 : 1 : 36,0
0,75	9 : 1 : 40,0
0,80	9 : 1 : 44,4
0,85	9 : 1 : 48,0
0,90	9 : 1 : 50,4

mg Mangan in 10 ccm	
0,95	9 : 1 : 51,6
1,00	9 : 1 : 52,4

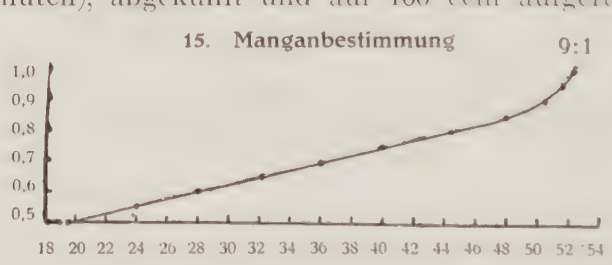
Schichtdicke 10 mm.

1,0	0 : 7 : 47,6
1,5	9 : 5 : 45,2
2,0	9 : 3 : 39,4
2,5	9 : 3 : 47,4
3,0	9 : 2 : 37,6
3,5	9 : 1 : 37,4
4,0	9 : 1 : 44,0
4,5	9 : 1 : 47,8
5,0	9 : 1 : 53,8

Beispiel:

Bestimmung in Wasser:

2 Liter Wasser werden mit 1 ccm konz. Salpetersäure versetzt und auf 50 ccm eingedampft. Mit Silbernitrat werden die Chloride ausgefällt und dann abfiltriert. Das Filter wird nachgewaschen, dann werden dem Filtrat 0,5 Ammoniumpersulfat zugesetzt, auf dem Wasserbad erhitzt (20 Minuten), abgekühlt und auf 100 ccm aufgefüllt.



16. Methylalkoholbestimmung

Prinzip:

Methylalkohol wird zu Formyldehyd oxydiert und mit dem Schiff-Elvevo'schen Reagens bestimmt[2].

Lösungen:

4n-Phosphorsäure; 10%ige Oxalsäurelösung
3%ige Kaliumpermanganatlösung.
Schiff-Elvevo'sches Reagens (siehe 8. Bestimmung).

Ausführung:

10 ccm der zu prüfenden Flüssigkeit vermischt man der Reihe nach unter Umschütteln mit 2 ccm 4n-Phosphorsäure, 2 ccm Kaliumpermanganatlösung und läßt 15 Minuten stehen. Dann fügt man 1 ccm Oxalsäurelösung, nach 2 Minuten 1 ccm konz. Schwefelsäure und nach kur-

zem Umschütteln 3 ccm Schiff-Elvevo'sches Reagens hinzu. Man mißt nach genau 10 Minuten die entstandene Blauviolett-Färbung.

Da bei der Oxydation stets kleine Mengen Formaldehyd verdunsten, sind einheitliche Versuchsbedingungen sehr wesentlich. Aus diesem Grunde wurde immer in Reagenzgläsern von 1,6 cm lichter Weite und 16 cm Länge gearbeitet.

Ferner ist die Reaktion in hohem Grade zeitabhängig, daher ist die Messung stets nach genau 10 Minuten durchzuführen und soll in einer Minute beendigt sein.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Methylalkohol in 10 ccm	
1	12 : 7 : 15,8
2	12 : 7 : 40,2
3	12 : 7 : 49,6
4	12 : 7 : 59,6
5	12 : 7 : 70,4
6	12 : 3 : 25,2
7	11 : 2 : 52,4
8	11 : 2 : 63,2
9	10 : 1 : 65,6
10	9 : 0 : 70,0

Bemerkungen:

Um bei der Bestimmung ein Verdunsten des Formaldehyds zu vermeiden, wurden einige Versuche gemacht, bei denen mit Wasser bzw. mit Eis gekühlt wurde. Es zeigte sich aber, daß es kaum möglich ist, eine stets gleiche Kühlung zu bewirken, da die Eintauchtiefe und die Glasstärke den Grad der Kühlung sehr stark beeinflussen, sodaß bei gleichem Gehalt an Methylalkohol sehr verschiedene Färbungen entstanden. Außerdem stört auch die starke CO_2-Entwicklung bei der Messung. Aus diesen Gründen wurde von einer Kühlung abgesehen.

17. Phenolbestimmung

Prinzip:

Benutzt wird die bei der Millon'schen Reaktion eintretende Orange-Färbung (8).

Lösungen:

Eine 5 %ige Lösung von Merkurisulfat in 5 %iger Schwefelsäure.

Eine 5 %ige Natriumnitritlösung.

Ausführung:

10 ccm der zu untersuchenden Lösung werden in einem 100 ccm-Kolben mit 2 ccm der Merkurisulfatlösung versetzt. Anschließend erhitzt man über freier entleuchteter Flamme möglichst schnell zum Sieden. Dann gibt man sofort 3 Tropfen Natriumnitritlösung zu und schüttelt wiederholt gut um. Nach genau 5 Minuten wird durch ein kleines Filter gegossen und in der 6. Minute gemessen.

Die Färbung ist nicht lange konstant, sondern zeigt schon nach 10 Minuten eine Farbvertiefung von 10 Graden. Wird langsamer erhitzt wie oben angegeben, so tritt ebenfalls Farbvertiefung ein.

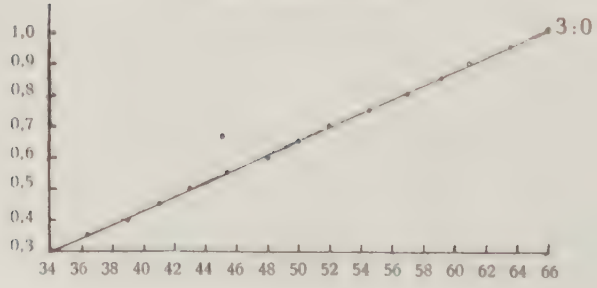
Ist eine gefärbte oder getrübte Flüssigkeit zu untersuchen, so wird das Phenol mit Wasserdampf destilliert und im Destillat bestimmt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Phenol in 10 ccm	
0,30	3 : 0 : 34,0
0,35	3 : 0 : 36,4
0,40	3 : 0 : 39,0
0,45	3 : 0 : 41,0
0,50	3 : 0 : 43,0
0,55	3 : 0 : 45,4
0,60	3 : 0 : 48,0
0,65	3 : 0 : 50,0
0,70	3 : 0 : 52,0
0,75	3 : 0 : 54,8
0,80	3 : 0 : 57,0
0,85	3 : 0 : 59,2
0,90	3 : 0 : 61,0
0,95	3 : 0 : 63,8
1,00	3 : 0 : 66,0

17. Phenolbestimmung



18. Phosphatbestimmung

Prinzip:

Man reduziert die Phosphorsäure als Molybdänphosphorsäure zu Molybdänblau (8).

Lösungen:

Eine 13%ige Schwefelsäure.

1,25 Ammoniummolybdat werden in 20 ccm kaltem Wasser gelöst, dann langsam mit 0,75 ccm konz. Schwefelsäure versetzt und mit Wasser auf 50 ccm gebracht.

0,5 reinstes Hydrochinon werden durch Schütteln in 50 ccm Wasser gelöst und dann mit 0,3 ccm einer 10%igen Schwefelsäure versetzt.

10,0 Natriumkarbonat (wasserfrei) und 1,2 Natriumsulfit (wasserfrei) werden in Wasser gelöst und auf 100 ccm ergänzt.

Ausführung:

10 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden der Reihe nach versetzt mit je 1 ccm: Schwefelsäure, Molydänlösung und Hydrochinonlösung. Dann wird kräftig umgeschüttelt und nach 5 Minuten werden 2 ccm der Karbonatsulfitmischung zugesetzt. Es wird kräftig umgeschüttelt (vorsicht starkes Aufbrausen) und anschließend gemessen.

Die Färbung ist ca. eine Stunde konstant.

Messungsergebnisse:

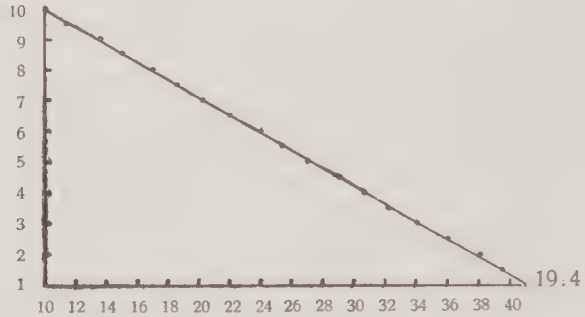
Schichtdicke 10 mm.

mg Phosphat in 10 ccm	
1,0	19 : 4 : 41,0
1,5	19 : 4 : 39,4
2,0	19 : 4 : 38,0
2,5	19 : 4 : 36,0
3,0	19 : 4 : 34,0
3,5	19 : 4 : 32,2
4,0	19 : 4 : 30,6
4,5	19 : 4 : 29,0
5,0	19 : 4 : 27,0
5,5	19 : 4 : 25,4
6,0	19 : 4 : 24,0
6,5	19 : 4 : 22,0
7,0	19 : 4 : 20,2
7,5	19 : 4 : 18,6
8,0	19 : 4 : 17,0
8,5	19 : 4 : 15,0
9,0	19 : 4 : 13,6
9,5	19 : 4 : 11,4
10,0	19 : 4 : 10,0

Bemerkungen:

Arsensäure und Kieselsäure stören bei der Bestimmung.

18. Phosphatbestimmung



19. Quecksilberbestimmung

Prinzip:

Gemessen wird die braune Farbe des kolloidalen Quecksilbersulfides (1).

Lösungen:

Eine 1%ige klare Gelatinelösung.
Gesättigtes Schwefelwasserstoffwasser.

Ausführung:

10 ccm der zu bestimmenden Lösung werden mit 1 ccm Gelatinelösung als Stabilisator und 1 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt und kräftig umgeschüttelt. 20 Minuten nach Zugabe des Reagens wird gemessen.

Die Färbung nimmt innerhalb von 2 Stunden weiterhin an Intensität zu.

Metalle wie Blei, Wismut, Silber und Kupfer dürfen nicht zugegen sein. Arsen stört nicht, wenn wie bei der Bestimmung im Harn verfahren wird. Evtl. vorhandene organische Substanz muß vollkommen zerstört werden, da sie sonst eine gelblichbraune Färbung erzeugen kann.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Quecksilber in 10 ccm	
0,0020	24 : 0 : 0,0
0,0025	24 : 0 : 3,6
0,0030	24 : 0 : 6,6
0,0035	24 : 0 : 10,0
0,0040	24 : 0 : 13,0

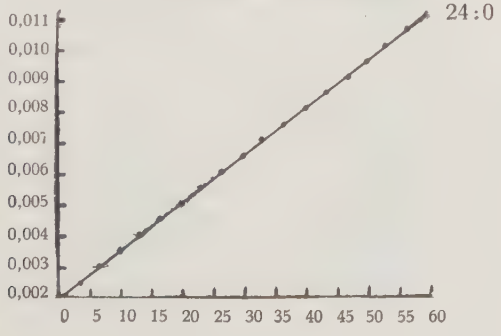
mg Quecksilber in 10 ccm	
0,0045	24 : 0 : 16,4
0,0050	24 : 0 : 20,0
0,0055	24 : 0 : 23,0
0,0060	24 : 0 : 26,4
0,0065	24 : 0 : 30,0
0,0070	24 : 0 : 33,2
0,0075	24 : 0 : 36,6
0,0080	24 : 0 : 40,0
0,0085	24 : 0 : 43,4
0,0090	24 : 0 : 47,0
0,0095	24 : 0 : 50,0
0,0100	24 : 0 : 53,0
0,0105	24 : 0 : 56,6
0,0110	24 : 0 : 60,0

Beispiele:

Bestimmung im Harn (1):

1000 ccm Harn werden mit 20 ccm konz. Salzsäure und 12,0 Kaliumchlorat (in kleinen Portionen zugeben) versetzt. Dieses Gemisch wird 5 Stunden über freier Flamme und unter häufigem Umschütteln am Rückflußkühler erhitzt, wodurch die Flüssigkeit fast farblos wird. Jetzt wird filtriert und zum Filtrat 35,0 Natriumazetat und 0,03 Zinkchlorid zugesetzt. In das zum Sieden erhitzte Gemisch wird eine halbe Stunde lang Schwefelwasserstoff eingeleitet. Hierbei fällt viel Schwefel aus, weil in der Flüssigkeit noch viel freies Chlor vorhanden ist. Dem Schwefel ist außerdem noch Zinksulfid und das kolloidale Quecksilbersulfid beigemengt. Dieser Niederschlag wird von der Flüssigkeit getrennt und in heißer verdünnter Salzsäure (die etwas Kaliumchlorat enthalten soll) aufgelöst. Das überschüssige Chlor läßt man möglichst abdunsten, den Rest beseitigt man durch Zugabe von wenig Alkohol, wodurch die Flüssigkeit völlig entfärbt werden muß. Die farblose Lösung filtriert man und ergänzt sie auf 10 oder 20 ccm.

19. Quecksilberbestimmung



20. Rhodanbestimmung

Prinzip:

Rhodansalze geben mit Ferrisalzen eine gelbe bis orange Färbung (1).

Lösungen:

Eisenchloridreagens:: 80 ccm ausgekochte 10%ige Salpetersäure, 40 ccm $^1/_{10}$n-Eisenchloridlösung und 40 ccm Wasser werden gemischt.

Ausführung:

10 ccm der zu bestimmenden Flüssigkeit werden mit 1 ccm Eisenchloridreagens versetzt und kräftig umgeschüttelt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 5 mm.

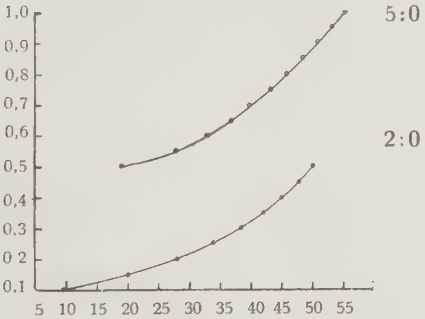
mg Rhodan in 10 ccm	
0,10	2 : 0 : 9,6
0,15	2 : 0 : 20,0
0,20	2 : 0 : 28.2
0,25	2 : 0 : 34,0
0,30	2 : 0 : 38.4
0,35	2 : 0 : 42,2
0,40	2 : 0 : 45,0
0,45	2 : 0 : 48,2
0,50	2 : 0 : 50,6
0,50	5 : 0 : 19,0
0,55	5 : 0 : 28.2
0,60	5 : 0 : 33,0
0,65	5 : 0 : 37,0
0,70	5 : 0 : 40,0
0,75	5 : 0 : 43,6
0,80	5 : 0 : 46,2
0,85	5 : 0 : 48,8
0,85	5 : 0 : 48.8
0,90	5 : 0 : 51,2
0,95	5 : 0 : 53,4
1,00	5 : 0 : 55,6

Schichtdicke 10 mm.

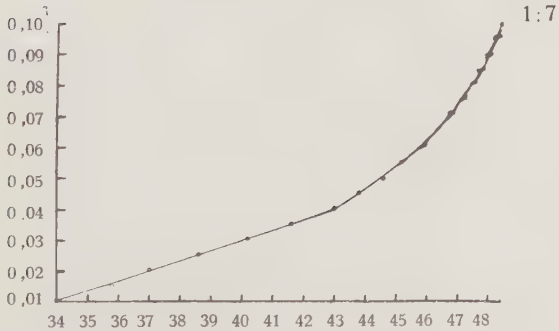
0,010	1 : 7 : 34,0
0,015	1 : 7 : 35,8
0,020	1 : 7 : 37,0
0,025	1 : 7 : 38,6
0,030	1 : 7 : 40,2
0,035	1 : 7 : 41,6
0,040	1 : 7 : 43,0

mg Rhodan in 10 ccm	
0,045	1 : 7 : 43,8
0,050	1 : 7 : 44,6
0,055	1 : 7 : 45,2
0,060	1 : 7 : 45,8
0,065	1 : 7 : 46,2
0,070	1 : 7 : 46,8
0,075	1 : 7 : 47,2
0,080	1 : 7 : 47,4
0,085	1 : 7 : 47,8
0,090	1 : 7 : 48,0
0,095	1 : 7 : 48,2
0,100	1 : 7 : 48,4

20. Rhodanbestimmung I



20. Rhodanbestimmung II



Beispiel:

Bestimmung im Speichel (1):

Soll der Speichel auf Rhodangehalt untersucht werden, so filtriert man ihn vorher am besten im Vakuum, da auf diese Art das lästige Schäumen vermieden wird.

21. Salizylsäurebestimmung

Prinzip:

Eisenchlorid gibt mit Salizylsäure eine violette Färbung.

Lösungen:

Eisenchloridlösung D. A. B. VI wird 1 : 100 verdünnt.

Ausführung:

100 ccm der zu bestimmenden Flüssigkeit werden mit 10 ccm Eisenchloridreagens versetzt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Salizylsäure in 100 ccm	
1,0	12 : 6 : 12,6
1,5	12 : 6 : 26,4
2,0	12 : 6 : 38,0
2,5	12 : 6 : 47,0
3,0	12 : 6 : 53,0
3,5	12 : 6 : 57,2
4,0	12 : 6 : 60,0
5,0	11 : 1 : 0,0
5,5	11 : 1 : 15,0
6,0	11 : 1 : 26,6
6,5	11 : 1 : 35,0
7,0	11 : 1 : 44,0
7,5	11 : 1 : 50,0
8,0	11 : 1 : 54,6
8,5	11 : 1 : 59,2
9,0	11 : 1 : 62,2
5,0	11 : 2 : 28,6
5,5	11 : 2 : 40,0
6,0	11 : 2 : 45,0
6,5	11 : 2 : 50,2
7,0	11 : 2 : 54,0
7,5	11 : 2 : 58,4
8,0	11 : 2 : 62,0
8,5	11 : 2 : 66,2
9,0	11 : 2 : 70,0

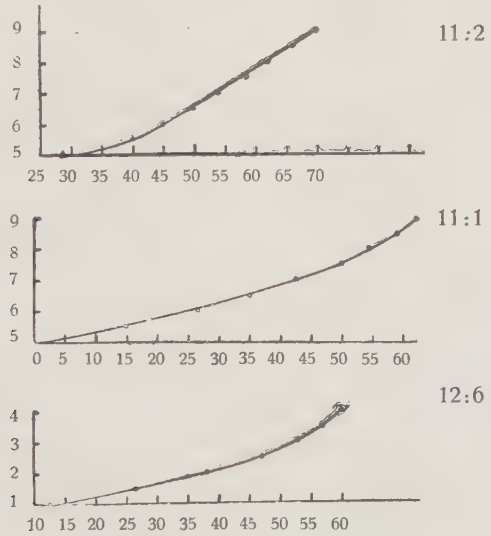
Beispiele:

Bestimmung in Wein (1):

500 ccm Wein werden mit 50 ccm 2n. Natronlauge versetzt und nach Zugabe einiger Siedesteinchen eine Stunde am Rückflußkühler gekocht. Die abgekühlte und mit 30 ccm Schwefelsäure spez. Gewicht 1,11 versetzte Flüssigkeit bringt man in einen zylindrischen Scheidetrichter und schüttelt sie erst einmal mit 200 ccm, dann noch zweimal mit je 100 ccm eines Gemisches aus gleichen Raumteilen Äther und niedrig siedendem Petroläther, aus. Die vereinigten, evtl. filtrierten Äther-Petrolätherlösungen

werden zweimal mit je 50 ccm Wasser gewaschen. Dann schüttelt man sie einmal mit 50 ccm Wasser, dem 5 ccm, und ein weiteres Mal mit 50 ccm, dem 2 ccm Normal-Natronlauge zugesetzt wird. Die beiden zuletzt gewonnenen alkalischen Ausschüttelungen vereinigt man in einem kleinen zylindischen Scheidetrichter, säuert mit etwa 3 ccm Schwefelsäure (spez. Gew. 1,11) an und schüttelt zweimal mit je 50 ccm eines Gemisches aus gleichen Raumteilen Äther und Petroläther aus. Die vereinigten, evtl. filtrierten Äther-Petrolätherauszüge läßt man in einem weithalsigen Kolben nach Zusatz von 20 ccm Wasser auf einem warmen Wasserbad unter öfterem Umschwenken langsam abdunsten, führt die zurückbleibende wässrige Lösung nach dem Erkalten unter Nachspülen mit Wasser in einen 100 ccm-Meßkolben über und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Mit diesen 100 ccm Flüssigkeit wird die Reaktion angesetzt.

21. Salicylsäurebestimmung



22. Salpetersäurebestimmung

Prinzip:

Salpetersäure gibt mit Bruzinschwefelsäure eine Gelbfärbung (8).

Lösungen:

1,0 Bruzin wird in 50 ccm konz. Schwefelsäure gelöst. (Die Lösung ist nicht lange haltbar und ist daher jedes Mal frisch zu bereiten.)

Ausführung:

10 ccm der zu bestimmenden Lösung werden mit 1 ccm Bruzinschwefelsäure und 20 ccm konz. Schwefelsäure versetzt. Nachdem sich die Färbung 5 Minuten entwickelt hat, kühlt man 5 Minuten ab (einstellen in kaltes Wasser). Anschließend wird sofort gemessen, da die Farbe nicht lange konstant ist.

Der Salzsäuregehalt der Lösung darf nicht höher wie 0,5 auf Tausend sein, sonst muß mit Silbersulfat ausgefällt werden.

Es ist streng darauf zu achten, daß das Bruzin rein ist (pro analysi), da sonst die Bruzinschwefelsäure schon innerhalb einer Stunde eine wesentlich dunklere Farbe annimmt und somit vollkommen falsche Werte liefert.

Messungsergebnisse:

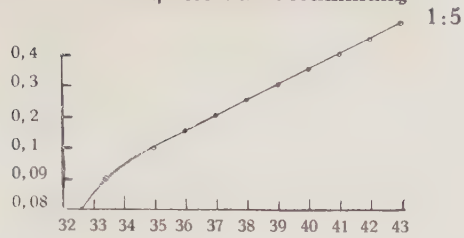
Schichtdicke 10 mm.

mg N_2O_5 in 10 ccm	
0,08	1 : 5 : 32,6
0,09	1 : 5 : 33,4
0,10	1 : 5 : 35,0
0,15	1 : 5 : 36,0
0,20	1 : 5 : 37,0
0,25	1 : 5 : 38,0
0,30	1 : 5 : 39,0
0,35	1 : 5 : 40,0
0,40	1 : 5 : 41,0
0,45	1 : 5 : 42,0
0,50	1 : 5 : 43,0

Beispiel:

Bestimmung in Fleisch (1):

50,0 Fleisch werden gehackt und mit 200 ccm Wasser eine halbe Stunde ausgekocht. Nach dem Erkalten filtriert man die Lösung ab und behandelt den Rückstand nochmals in derselben Weise mit 100 ccm Wasser. Die vereinigten Filtrate werden auf 400 ccm aufgefüllt. 50 ccm von der trüben Flüssigkeit werden mit dem gleichen Volumen Quecksilberchlorid-Salzsäure (gleiche Teile 5%iger Quecksilberchlorid-Lösung und 2%iger Salzsäure) enteiweißt. Die durch ein doppeltes quantitatives Filter vom Eiweiß befreite Lösung dient zum Ansatz der Bruzinreaktion.



23. Bestimmung der salpetrigen Säure

Prinzip:

Mit Hilfe von salpetriger Säure wird Naphthionsäure diazotiert und anschließend mit β-Naphthol gekuppelt. Der entstandene gelbrote Farbton wird gemessen (8).

Chem. Vorgang:

$Na \cdot SO_3 \cdot C_{10}H_6 \cdot NH_2 \cdot HCl + HNO_2 = Na \cdot SO_3 \cdot C_{10}H_6 \cdot N_2Cl + CH_2O$

$Na \cdot SO_3C_{10}H_6 \cdot N_2 \cdot Cl + C_{10}H_8OH = Na \cdot SO_3 \cdot C_{10} \cdot H_6 \cdot N_2 \cdot C_{10}H_7OH + HCl$

Lösungen:

1,0 naphthionsaures Natrium und 0,5 β-Naphthol werden mit 100 ccm Wasser längere Zeit kräftig geschüttelt. Das Filtrat muß farblos sein und ist unter Lichtabschluß aufzubewahren.

Ausführung:

10 ccm der zu untersuchenden Lösung werden mit 0,5 ccm Naphtholreagens und 1 Tropfen konz. Salzsäure durchgeschüttelt. Dann setzt man 0,5 ccm 10 %iges Ammoniak zu und mißt.

Die Färbung bleibt ca. 1 Stunde konstant.

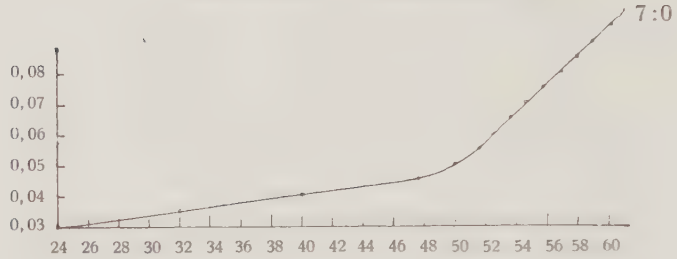
Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg N_2O_3 in 10 ccm	
0,030	7 : 0 : 24,0
0,035	7 : 0 : 32,0
0,040	7 : 0 : 40,0
0,045	7 : 0 : 47,0
0,050	7 : 0 : 50,0
0,055	7 : 0 : 51,4
0,060	7 : 0 : 52,4
0,065	7 : 0 : 53,6
0,070	7 : 0 : 54,6
0,075	7 : 0 : 55,8
0,080	7 : 0 : 57,0

mg N_2O_3 in 10 ccm	
0,085	7 : 0 : 58,0
0,090	7 : 0 : 59,0
0,095	7 : 0 : 60,2
0,100	7 : 0 : 61,2

23. Bestimmung der salpetrigen Säure



24. Schwefelwasserstoffbestimmung

Prinzip:

Man mißt die von Bleisalz erzeugte Färbung des kolloidalen Bleisulfids (8).

Lösungen:

Bleireagens: Man löst nacheinander in Wasser: 25,0 Seignettesalz, 5,0 reinstes Natriumhydroxyd und 1,0 Bleiazetat, füllt auf 100 ccm auf und filtriert nach längerem Stehen.

Ausführung:

20 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit werden mit 1 ccm Bleireagens versetzt und kräftig umgeschüttelt. Anschließend wird sofort gemessen, da die Färbung an Intensität zunimmt.

Zu beachten ist, daß der Schwefelwasserstoff schnell entweicht und daher die Untersuchung möglichst bald nach der Entnahme der Flüssigkeitsprobe stattfinden muß.

Das kolloidale Bleisulfid setzt sich schon nach kurzem Stehen an den Wänden der Küvette ab, daher ist nach jeder Untersuchung eine gründliche Reinigung der Küvette unbedingt notwendig, da man sonst zu hohe Ergebnisse erhält.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

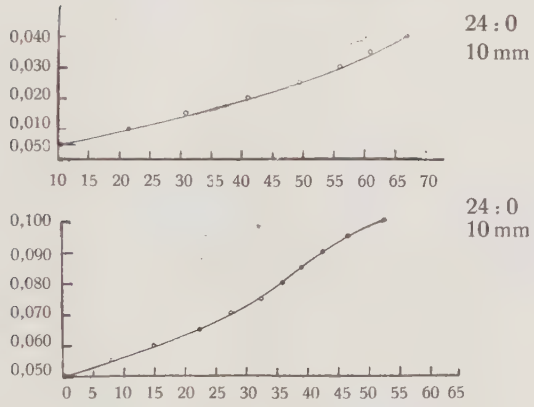
mg Schwefelwasserstoff in 20 ccm	
0,005	24 : 0 : 10,4
0,010	24 : 0 : 21,4
0,015	24 : 0 : 32,0

mg Schwefelwasserstoff in 20 ccm	
0,020	24 : 0 : 41,0
0,025	24 : 0 : 49,6
0,030	24 : 0 : 56,0
0,035	24 : 0 : 61,4
0,040	24 : 0 : 67,0

Schichtdicke 5 mm.

0,050	24 : 0 : 0,0
0,055	24 : 0 : 8,0
0,060	24 : 0 : 15,0
0,065	24 : 0 : 22,4
0,070	24 : 0 : 27,4
0,075	24 : 0 : 32,0
0,080	24 : 0 : 36,0
0,085	24 : 0 : 39,0
0,090	24 : 0 : 42,6
0,095	24 : 0 : 46,4
0,100	24 : 0 : 52,6

24. Schwefelwasserstoffbestimmung



25. Wismutbestimmung

Prinzip:

Schwefelwasserstoff erzeugt in Wismutlösungen eine Braunfärbung von kolloidalem Wismutsulfid (1).

Lösungen:

Eine 1%ige Lösung von Gummiarabikum.
Gesättigtes Schwefelwasserstoffwasser.

Ausführung:

10 ccm der zu untersuchenden Lösung werden mit 10 ccm Gummiarabikumlösung und nach dem Umschütteln mit 5 ccm Schwefelwasserstoffwasser versetzt.

Messungsergebnisse:

Schichtdicke 10 mm.

mg Wismut in 10 ccm	
0,10	1 : 0 : 33,6
0,15	1 : 0 : 35,8
0,20	1 : 0 : 37,8
0,25	1 : 0 : 40,0
0,30	1 : 0 : 42,0
0,35	1 : 0 : 44,0
0,40	1 : 0 : 46,0
0,45	1 : 0 : 48,0
0,50	1 : 0 : 50,0
0,55	1 : 0 : 52,0
0,60	1 : 0 : 54,0
0,65	1 : 0 : 56,2
0,70	1 : 0 : 58,0
0,75	1 : 0 : 60,0
0,80	1 : 0 : 62,0
0,85	1 : 0 : 64,0
0,90	1 : 0 : 66,0
0,95	1 : 0 : 68,0
1,00	1 : 0 : 70,0

Beispiel:

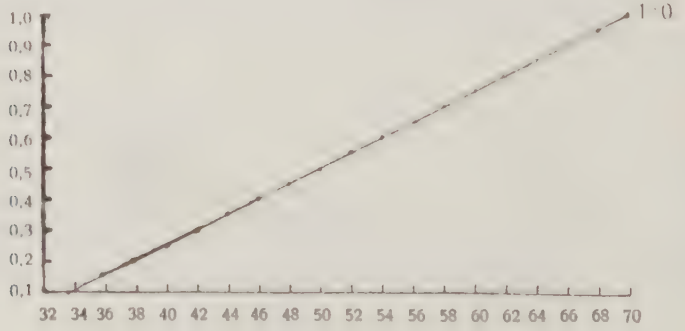
Bestimmung in Harn, trüben oder gefärbten Flüssigkeiten (1):

Eine bestimmte Menge der zu untersuchenden Flüssigkeit wird mit konz. Salpetersäure angesäuert, auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft und kurze Zeit über offener Flamme schwach geglüht. Nach dem Abkühlen übergießt man den verkohlten Rückstand mit Salpetersäure, verdampft und glüht nochmals. Die Masse löst man unter Erwärmen auf dem Wasserbade in möglichst wenig Salpetersäure und ergänzt auf 10 oder 20 ccm.

Bemerkungen:

Salpetersäure (selbst 25%ige) stört nicht. Geringe Mengen Salzsäure aber bedingen Fehlresultate. Natriumchlorid ist ohne Einfluß.

25. Wismutbestimmung



26. Versuch zur Bestimmung des Aschegehaltes von Mehlen

Es wurde versucht festzustellen, ob es möglich wäre, den Aschegehalt eines Mehles auf Grund dessen Farbe zu bestimmen.

1.) Roggenmehl.

Gemessen: trockenes Mehl gegen Barytweißplatte ohne Filter aber mit Okularblaufilter.

Aschegehalt in %:

1,01 %	19,63
0,96 %	19,40
0,93 %	19,10
0,90 %	19,00
0,87 %	18,90
0,82 %	18,68
0,72 %	16,81
0,68 %	16,40
0,52 %	16,10

2.) Roggenmehl.

Gemessen: das Mehl wurde in einer Schale 5 Minuten unter Wasser getaucht, dann mit einer Glasplatte bedeckt und gemessen: Gemessen wurde gegen eine Barytweißplatte mit Lifa Orangefilter Nr. 1 und Okularblaufilter.

Aschegehalt in %:

0,96 %	4 : 1 : 18,00
0,93 %	4 : 1 : 18,16
1,01 %	4 : 1 : 18,00
0,90 %	4 : 1 : 18,06
0,87 %	4 : 1 : 18,50
0,82 %	4 : 1 : 17,70
0,72 %	4 : 1 : 17,20
0,68 %	4 : 1 : 17,08
0,52 %	4 : 1 : 17,20

3.) Roggenmehl.

2,0 Mehl werden in einer Pulverküvette mit 1 ccm Phlorogluzinlösung (2 %ig in 90 %igem Alkohol) getränkt, nach einer Minute werden 12 Tropfen Salzsäure (D.A.B. VI) zugegeben, die Küvette wird mit einer Glasplatte bedeckt und anschließend die Messung durchgeführt.

Gemessen: ohne Filter, mit Okularblaufilter.

Aschegehalt in %:

1,01 %	3 : 4 : 65
0,96 %	3 : 4 : 64
0,93 %	3 : 4 : 63
0,90 %	3 : 4 : 63
0,87 %	3 : 4 : 62
0,82 %	3 : 4 : 60
0,72 %	3 : 4 : 59
0,68 %	3 : 4 : 58
0,52 %	3 : 4 : 56

Die für obige Messungen benutzten Mehlproben wurden bezogen von: Institut für Müllerei an der Versuchsanstalt für Getreideverarbeitung e. V., Berlin.

Messungen mit Roggenmehl anderer Herkunft nicht gebleicht):

Nach 1.)
Aschegehalt:

0,90 %	18,6
0,82 %	19,2
0,72 %	16,3
0,62 %	16,8

Nach 2.)
Aschegehalt:

1,01 %	4 : 2 : 5
0,93 %	4 : 1 : 23
0,87 %	4 : 1 : 22
0,72 %	4 : 1 : 21

Nach 3.)
Aschegehalt:

1,01 %	3 : 4 : 48
0,90 %	3 : 4 : 46
0,82 %	3 : 4 : 43
0,72 %	3 : 4 : 43
0,68 %	3 : 4 : 42
0,52 %	3 : 4 : 41

Ergebnis:

Aus diesen Messungen ergibt sich, daß es nicht möglich ist, von der Mehlfarbe auf den Aschegehalt zu schließen. Einerseits liegen die gemessenen Farbwerte so nahe beieinander, daß eine scharfe und zuverlässige Trennung nicht möglich ist, andererseits fallen einige wenige Werte vollkommen aus der Reihe. Es wurden noch Messungen mit verschiedenen Mehlen anderer Herkunft ausgeführt, dabei zeigte es sich, daß die Farbwerte wesentlich andere waren.

LITERATUR

1.) Freund: Leitfaden der kolorimetrischen Methoden für den Chemiker und Mediziner (Wetzlar 1928).

2.) Großfeld: Anleitung zur Untersuchung der Lebensmittel (Berlin 1927).

3.) König: Chemie der menschlichen Nahrungs- und Genußmittel, 3 Bände (Berlin 1910).

4.) Lunge-Berl: Chem. techn. Untersuchungsmethoden.

5.) Ostwald: Einführung in die Farbenlehre.

6. Aukwinth-Rojahn: Quantitative Chemische Analyse (Steinkopff, Dresden und Leipzig 1931).

7.) Röttger: Lehrbuch der Nahrungsmittelchemie, 2 Bände (Leipzig 1926).

8.) Seifert: Kolorimetrische Arbeitsmethoden f. d. Apotheker (Stuttgart 1934).

9.) Neubauer und Vogel: Anleitung zur quantitativen und qualitativen Analyse des Harnes (Wiesbaden 1867).

LEBENSLAUF

Ich, Karl Wolfgang Hildebrandt, wurde am 13. November 1910 in Bad Köstritz als Sohn des Apothekenbesitzers Willy Hildebrandt und seiner Frau Katharina geb. Gerfin geboren. 1914 erwarb mein Vater die Apotheke in Neresheim (Württemberg), und ich besuchte 1917–1919 die dortige Volksschule. Nachdem meine Eltern die Schloß-apotheke in Plauen i. V. gekauft hatten, besuchte ich in Plauen $1\,^1/_2$ Jahre die Bürgerschule und dann das städtische Realgymnasium. 1931 bestand ich die Reifeprüfung und war anschließend ein Jahr in der Mohren-Apotheke in Bayreuth als Apotheken-Praktikant tätig. Das 2. Praktikantenjahr arbeitete ich in der väterlichen Apotheke in Plauen. 1933 bestand ich in Zwickau das pharmazeutische Vorexamen und studierte anschließend 2 Semester in Würzburg Pharmazie. 1934 setzte ich mein Studium an der Universität Halle fort und bestand im November 1935 das Staatsexamen. Am Institut für Pharmazie und Nahrungsmittelchemie der Universität Halle unter Leitung des Herrn Professor Dr. C. A. Rojahn arbeitete ich weitere 4 Semester wissenschaftlich mit dem Ziel der Promotion.

Vorliegende Arbeit fertigte ich vom S. S. 1936 bis S. S. 1937 unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. C. A. Rojahn an. Ich möchte nicht versäumen, Herrn Prof. Rojahn für seine wertvolle Unterstützung meinen verbindlichsten Dank aussprechen.

Eduard Klinz Buchdruck-Werkstätten Halle (Saale), Dölauer Str. 14
Spezialdruckerei für wissenschaftliche Werke und Dissertationen